

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-003053

(43)Date of publication of application : 09.01.2001

(51)Int.Cl. C09K 19/42  
C09K 19/20  
C09K 19/30  
C09K 19/34  
G02F 1/13

(21)Application number : 2000-009396 (71)Applicant : CHISSO CORP

(22)Date of filing : 18.01.2000 (72)Inventor : TAKESHITA FUSAYUKI  
NAKAGAWA ETSUO  
KUBO YASUHIRO

(30)Priority

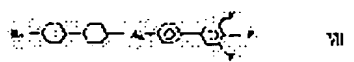
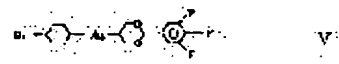
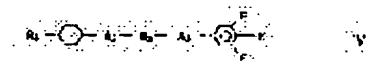
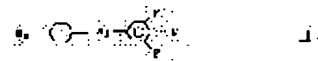
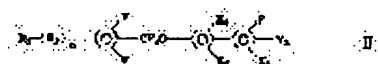
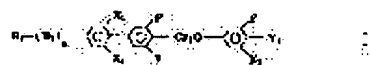
Priority number : 11110818 Priority date : 19.04.1999 Priority country : JP

## (54) LIQUID CRYSTAL COMPOSITION AND LIQUID CRYSTAL DISPLAY ELEMENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a liquid crystal composition having a high voltage retentivity in a high-temperature region, a low threshold voltage, and improved anisotropy of refractive index by mixing a -CF<sub>2</sub>O- bond-containing compound with a compound different in the number and positions of F substituents.

SOLUTION: This composition comprises 5-95 wt.% at least one -CF<sub>2</sub>O- bond-containing compound selected from compounds of formulae I and II and 5-95 wt.% compound different in the number and positions of F substituents, selected from compounds of formulae III to VII. In the formulae, R<sub>1</sub> to R<sub>7</sub> are each a 1-10C alkyl, an alkoxy, a 2-10C alkenyl, or an alkoxymethyl; A<sub>1</sub> to A<sub>6</sub> are each a single



bond,  $-C_2H_4-$ , or  $-COO-$ ; X1 to X6 are each H or F; B1 and B2 are each a single bond, cyclohexylene, trans-1,3-dioxane-2,5-diyl, or 1,4-phenylene or cyclohexylene at least one H atom of which may be replaced by F; Y1 and Y2 are each F,  $CF_3$ ,  $OCF_3$ ,  $CF_2H$ , or Cl; and n is 0 or 1.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's  
decision of rejection]

[Kind of final disposal of application  
other than the examiner's decision of  
rejection or application converted  
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against  
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-3053

(P 2 0 0 1 - 3 0 5 3 A)

(43) 公開日 平成13年1月9日 (2001.1.9)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード <sup>*</sup> (参考)
C09K 19/42		C09K 19/42	4H027
19/20		19/20	
19/30		19/30	
19/34		19/34	
G02F 1/13	500	G02F 1/13	500
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全24頁)			

(21) 出願番号 特願2000-9396 (P 2000-9396)

(22) 出願日 平成12年1月18日 (2000.1.18)

(31) 優先権主張番号 特願平11-110818

(32) 優先日 平成11年4月19日 (1999.4.19)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002071

チッソ株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号

(72) 発明者 竹下 房幸

千葉県袖ヶ浦市福王台2丁目13番地21

(72) 発明者 中川 悦男

千葉県市原市五井5358-1

(72) 発明者 久保 恭宏

千葉県市原市辰巳台東2丁目17番地

F ターム (参考) 4H027 BA01 BC04 BD04 BD05 BD07

BE04 BE05 CE04 CE05 CH04

CH05 CK04 CM01 CP04 CQ04

CR04 CT01 CT04 CU04 CU05

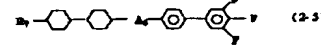
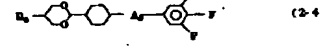
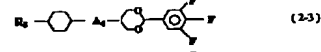
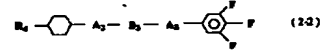
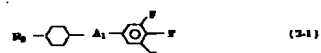
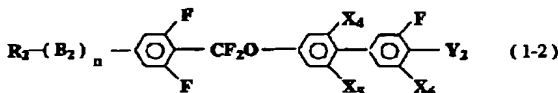
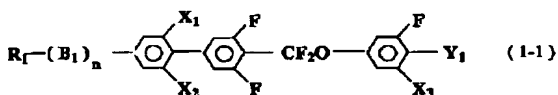
CW01 DH04

(54) 【発明の名称】 液晶組成物および液晶表示素子

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 アクティブ・マトリクス方式液晶表示素子用の、高温領域で電圧保持率が高く、しきい値電圧が低く、屈折率異方性が大きい液晶組成物を提供する。

【解決手段】 一般式1-1と1-2の1以上の化合物からなる成分A、および一般式2-1~2-5の1以上の化合物からなる成分Bを含有する液晶組成物。



{R<sub>1</sub>~R<sub>7</sub>は独立してC1~10のアルキル/アルコキシ基またはC2~10のアルケニル/アルコキシメチル基; A<sub>1</sub>~A<sub>6</sub>は独立して単結合、-C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-, -COO-; X<sub>1</sub>~X<sub>6</sub>は独立してHまたはF; B<sub>1</sub>とB<sub>2</sub>は、独立して単結合、シクロヘキシレン、トランス-1, 3-ジオキサン-2, 5-ジイルまたはFで置換されてもよい1, 4-フェニレン; B<sub>3</sub>はFで置換されてもよい1, 4-フェニレンまたはシクロヘキシレン; Y<sub>1</sub>とY<sub>2</sub>は独立してF、CF<sub>3</sub>、OCF<sub>3</sub>、CF<sub>2</sub>HまたはC1; nは0または1である。}

1

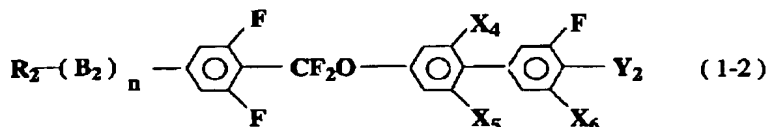
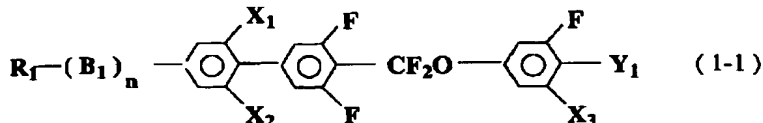
2

## 【特許請求の範囲】

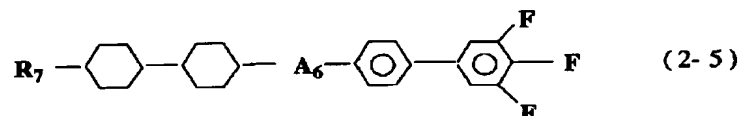
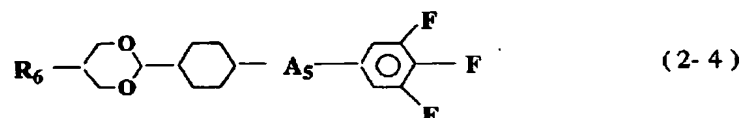
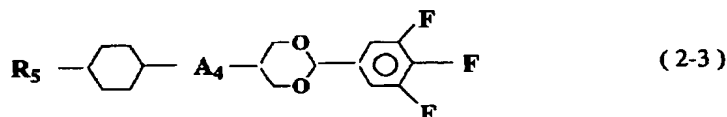
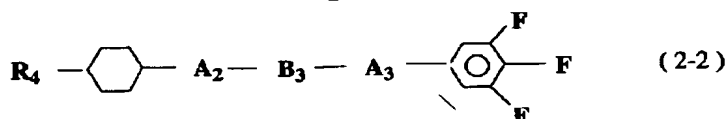
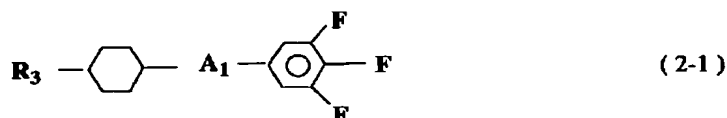
【請求項1】 一般式(1-1)および(1-2)で表される化合物群から選択される少なくとも1つの化合物からなる成分A、ならびに一般式(2-1)、(2-

2)、(2-3)、(2-4)および(2-5)で表される化合物群から選択される少なくとも1つの化合物からなる成分Bを含む液晶組成物

## 【化1】



## 【化2】



{式中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ 、 $R_5$ 、 $R_6$ および $R_7$ は、各々独立して1~10個の炭素原子を有するアルキル基もしくはアルコキシ基または2~10個炭素原子を有するアルケニル基もしくはアルコキシメチル基であり； $A_1$ 、 $A_2$ 、 $A_3$ 、 $A_4$ 、 $A_5$ および $A_6$ は各々独立して単結合、 $-C_2H_4-$ 、 $-COO-$ であり； $X_1$ 、 $X_2$ 、 $X_3$ 、 $X_4$ 、 $X_5$ および $X_6$ は各々独立してHまたはFであり； $B_1$ および $B_2$ は、各々独立して単結合、シクロヘキレン、トランス-1, 3-ジオキサソ-2, 5-ジイル、または基中のHがFで置換されてもよい1, 4-フェニレンであり； $B_3$ は基中のHがFで置換されてもよい1, 4-フェニレンまたはシクロヘキレンであり； $Y_1$ および $Y_2$ は各々独立してF、 $CF_3$ 、 $OCF_3$ 、 $CF_2H$ またはClであり；nは0または1である。}

【請求項2】 液晶組成物の全重量に対して、前記成分Aの5~95重量%および前記成分Bの5~95重量%

を含有する請求項1に記載の液晶組成物。

【請求項3】 請求項1、2のいずれか1項に記載した液晶組成物を含むことからなる液晶表示素子。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

40 【発明の属する技術分野】本発明は、ネマチック液晶組成物に関する。さらに詳しくは、アクティブ・マトリクス(AM)方式用の液晶組成物およびこの液晶組成物を用いた液晶表示素子(LCD)に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】アクティブ・マトリクス方式の液晶表示素子(AM-LCD)は、高精細な表示が可能のため、LCDの本命として注目を集めており、モニター、ノート型パソコン、デジタルスチルカメラ、デジタルビデオカメラなどの表示画面に応用されている。AM-LCD用の液晶組成物に要求される特性は、下記の(1)~

(5) が挙げられる。

【0003】(1) 液晶表示素子を使用できる温度範囲を広げるために、液晶組成物は、極力広い温度範囲でネマチック相を示すこと(ネマチック相の上限温度を極力高くし、かつ、ネマチック相の下限温度を極力低くすること)。

(2) 液晶表示素子の応答速度を速くするために、液晶組成物の粘度を極力小さくすること。

(3) 液晶表示素子のコントラストを高くするために、液晶組成物の屈折率異方性値( $\Delta n$ )は、液晶表示素子のセル厚( $d$ )に応じて適度な値をとり得ること。

(4) 液晶組成物のコントラストを高くするために、液晶組成物の比抵抗値を高くすること、および液晶組成物を注入したセルの電圧保持率を高くすること。特に高温領域での電圧保持率を高くすること。高温領域での電圧保持率測定は、液晶組成物の耐久性を見極めるための加速試験に相当する。

(5) 液晶表示素子の駆動電源であるバッテリーを小型化するために、液晶組成物のしきい値電圧を低くすること。

【0004】このような背景にしたがって、特開平8-73857号には、高い電圧保持率を有し、しきい値電圧が低く、かつ、屈折率異方性が適度に大きい液晶組成物が開示されている。また、特開平9-31460号には、AM-LCD用液晶組成物に求められる種々の特性を満たしながら、特に、しきい値電圧の小さく、かつ低温相溶性に優れ、ネマティック相温度範囲の広い液晶組成物が開示されている。さらに国際公開WO96/11897には、AM方式およびSTN方式をはじめ種々のモードにおける低電圧駆動用液晶化合物として、大きな誘電異方性を有すると共に著しく低粘性である新規な液晶化合物、およびこれを含有する液晶組成物が開示されている。特開平10-251186には、本発明の一般式(1-1)と類似する化合物を用いた液晶組成物が開示されている。ノート型パソコン、デジタルスチルカメラ、デジタルビデオカメラなどの駆動電源は、バッテリーによるものである。これらのバッテリーを1回の充電で長時間使用するためには、LCDの消費電力を小さくする必要がある。近年、このバッテリーをさらに小型化し、さらに、1回の充電で使用時間を長くするようになってきた。このため、液晶組成物には、上記(1)～

(4)の特性を維持しながら、しきい値電圧を小さくすることが望まれるようになってきた。液晶組成物のしきい値電圧を小さくするためには、誘電率異方性の大きな液晶化合物を使用する必要がある。誘電率異方性の大きな液晶化合物を使用して、液晶組成物を作製すると、液晶組成物の粘度が大きくなる。従って、しきい値電圧の低い液晶組成物を使用した液晶表示素子は、応答速度も遅くなってしまふ。E. Jakemanなど(Phys. Lett., A, 39(1972)69によ

って提唱されているように、応答速度がセルギャップの二乗に比例することによるもので、応答速度を速くするためには、液晶表示素子を構成するセルのセルギャップを薄くすれば良い。しかしながら、上記(3)の項目で示したように、TNモードのファースト・ミニマム条件では、高コントラストを得るために、液晶表示素子を構成するセルのセルギャップと液晶組成物の屈折率異方性の積( $\Delta n \cdot d$ )で表される値を約0.4から0.5程度に設定するため、セルギャップを薄くすると、必然的に、液晶組成物の屈折率異方性を大きくしなければならない。

【0005】上記の特開平8-73857に開示してある組成物は、本願発明の比較例で示すように、しきい値電圧が低く、屈折率異方性が適度に大きいもののネマチック相の上限温度が低すぎることや、高温領域における電圧保持率が低いという欠点があったり、屈折率異方性が適度に大きく、ネマチック相の上限温度が高いもののしきい値電圧が高すぎたり、高温領域での電圧保持率が低いという欠点を有している。特開平9-31460に開示してある組成物は、本願発明の比較例で示すように、屈折率異方性が小さかったり、しきい値電圧が高かったり、ネマチック相の上限温度が低いという欠点を有している。通常シアノ基を有する化合物は電圧保持率が低いためAM-LCD用の液晶組成物として使用することはできない。国際公開WO96/11897には末端にシアノ基を有する化合物を含まないAM-LCD用の液晶組成物が開示されている。この組成物は本願の比較例で示すように、しきい値電圧が十分に低くなかったり、屈折率異方性が小さいという欠点を有している。特開平10-251186には、分子中に3個のフェニレン環と1個の-CF<sub>2</sub>O-結合基を有する化合物が開示されているが、その実施例に記載されている物性値は、保持率が高いF系化合物からなる組成物の中で、しきい値電圧の範囲は1.29Vから2.37Vであり比較的高くなっている。このように、液晶組成物について種々検討されているが、AM-LCD用として満足すべき液晶組成物が得られていない。すなわち、上記(1)～(2)の特性を維持しながら、高温領域での電圧保持率を高く維持したまま低消費電力とするのに必要な低いしきい値電圧を有し、かつ応答速度を速くするために、セルの狭ギャップ化が必要となるに伴い大きい屈折率異方性値を有するようなAM-LCD用液晶組成物が望まれている。

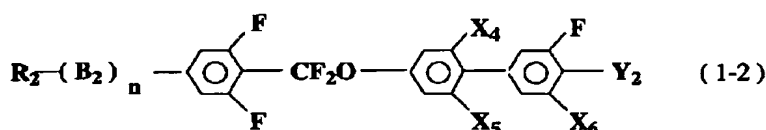
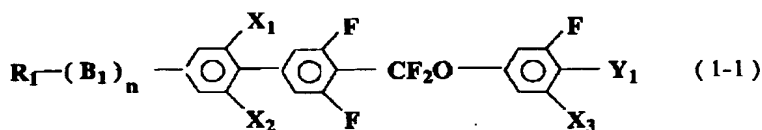
【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、AM-LCDに求められる一般的な特性を満たし、特に、高温領域において電圧保持率が高く、しきい値電圧の十分に低い、かつ屈折率異方性の大きい液晶組成物を提供することにある。

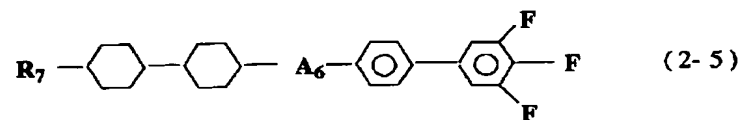
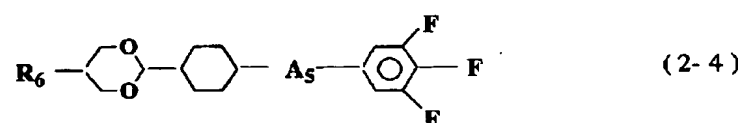
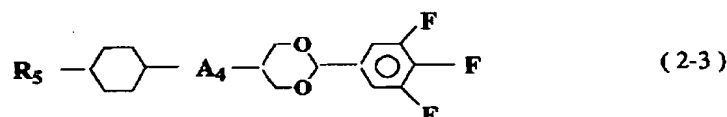
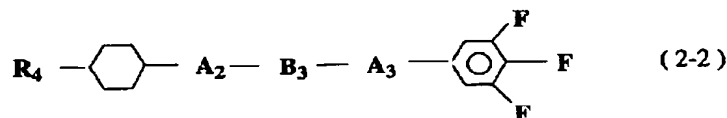
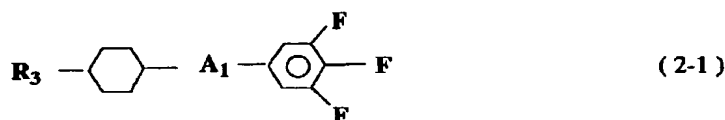
【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、これらの課題を解決すべく鋭意検討した結果、従来の $-\text{CF}_2\text{O}-$ 結合基を有する化合物とは、Fの置換数や置換位置の異なる特定の液晶化合物を組み合わせることにより本発明の目的を達成できる液晶組成物が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0008】本発明の液晶組成物は、つぎの1～2項で示される。



【化4】



{式中、 $\text{R}_1$ 、 $\text{R}_2$ 、 $\text{R}_3$ 、 $\text{R}_4$ 、 $\text{R}_5$ 、 $\text{R}_6$ および $\text{R}_7$ は、各々独立して1～10個の炭素原子を有するアルキル基もしくはアルコキシ基または2～10個炭素原子を有するアルケニル基もしくはアルコキシメチル基であり；

$\text{A}_1$ 、 $\text{A}_2$ 、 $\text{A}_3$ 、 $\text{A}_4$ 、 $\text{A}_5$ および $\text{A}_6$ は各々独立して単結合、 $-\text{C}_2\text{H}_4-$ 、 $-\text{COO}-$ であり； $\text{X}_1$ 、 $\text{X}_2$ 、 $\text{X}_3$ 、 $\text{X}_4$ 、 $\text{X}_5$ および $\text{X}_6$ は各々独立してHまたはFであり； $\text{B}_1$ および $\text{B}_2$ は、各々独立して単結合、シクロヘキセン、トランス-1, 3-ジオキサン-2, 5-ジイル、または基中のHがFで置換されてもよい1, 4-フェニレンであり； $\text{B}_3$ は基中のHがFで置換されてもよい1, 4-フェニレンまたはシクロヘキセンであり；Y

1. 一般式(1-1)および(1-2)で表される化合物群から選択される少なくとも1つの化合物からなる成分A、ならびに一般式(2-1)、(2-2)、(2-3)、(2-4)および(2-5)で表される化合物群から選択される少なくとも1つの化合物からなる成分Bを含有する液晶組成物

【化3】

1および $\text{Y}_2$ は各々独立してF、 $\text{CF}_3$ 、 $\text{OCF}_3$ 、 $\text{CF}_2\text{H}$ またはClであり；nは0または1である。}

2. 液晶組成物の全重量に対して、前記成分Aの5～95重量%および前記成分Bの5～95重量%を含有する前記1項に記載の液晶組成物。

【0009】本発明の液晶素子は、つぎの3項で示される。

3. 前記1、2項のいずれか1項に記載した液晶組成物を含むことからなる液晶表示素子。

【0010】

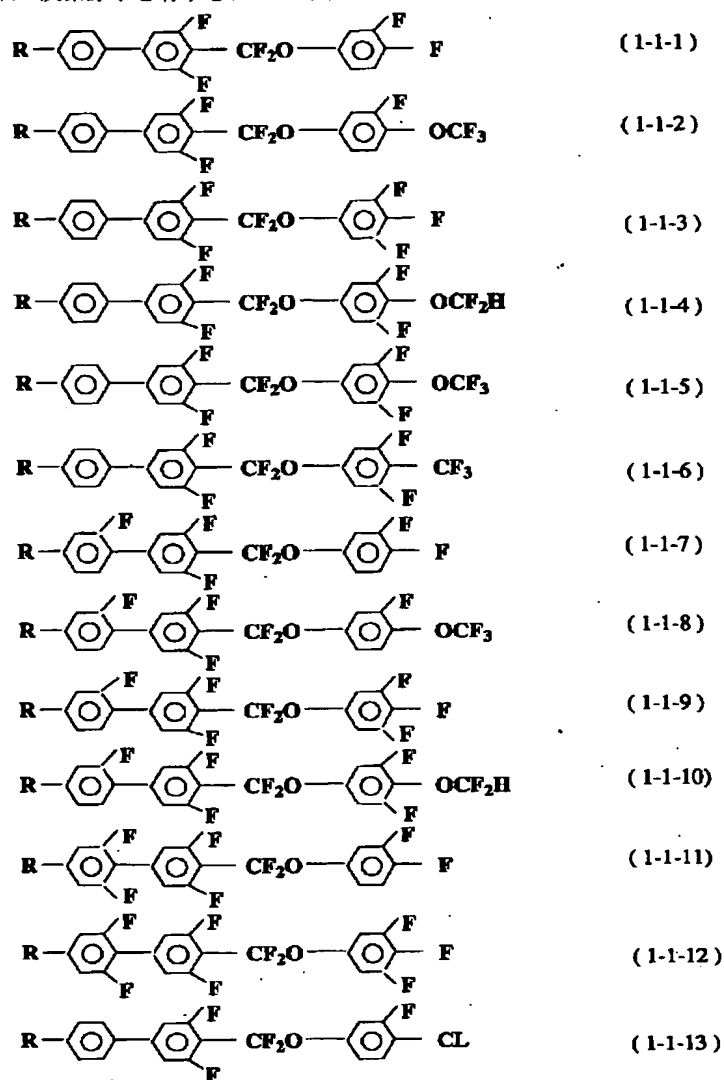
【発明の実施の形態】本発明の液晶組成物の一般式(1-1)で表される化合物として、以下の一般式(1-1

ー1)～(1-1-31)で表される化合物が好ましく用いられる。。これらの式中、Rは各々独立して、1～10個の炭素原子を有するアルキル基もしくはアルコキシ基、または2～10個の炭素原子を有するアルコキシ

メチル基もしくはアルケニル基を示す。

【0011】

【化5】

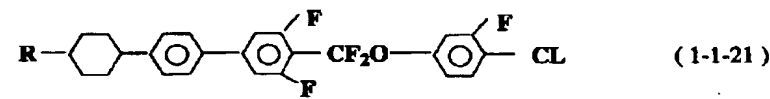
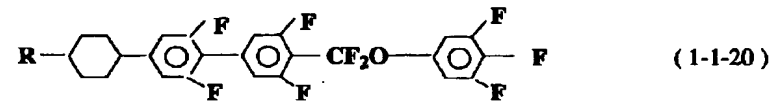
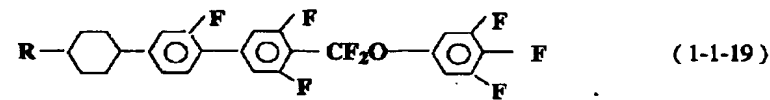
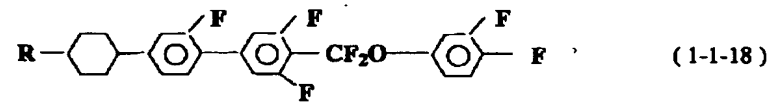
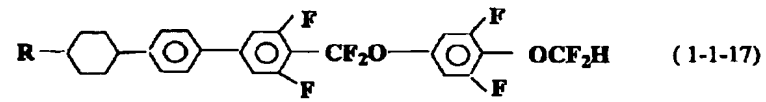
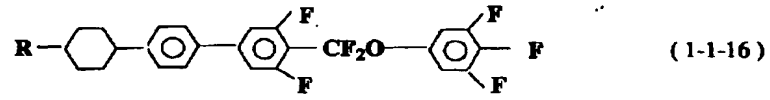
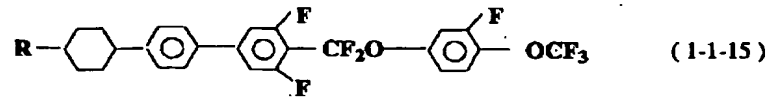
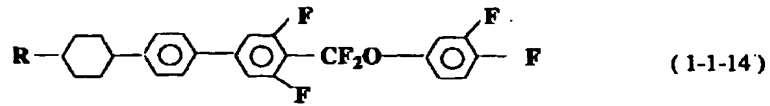


【0012】

【化6】

9

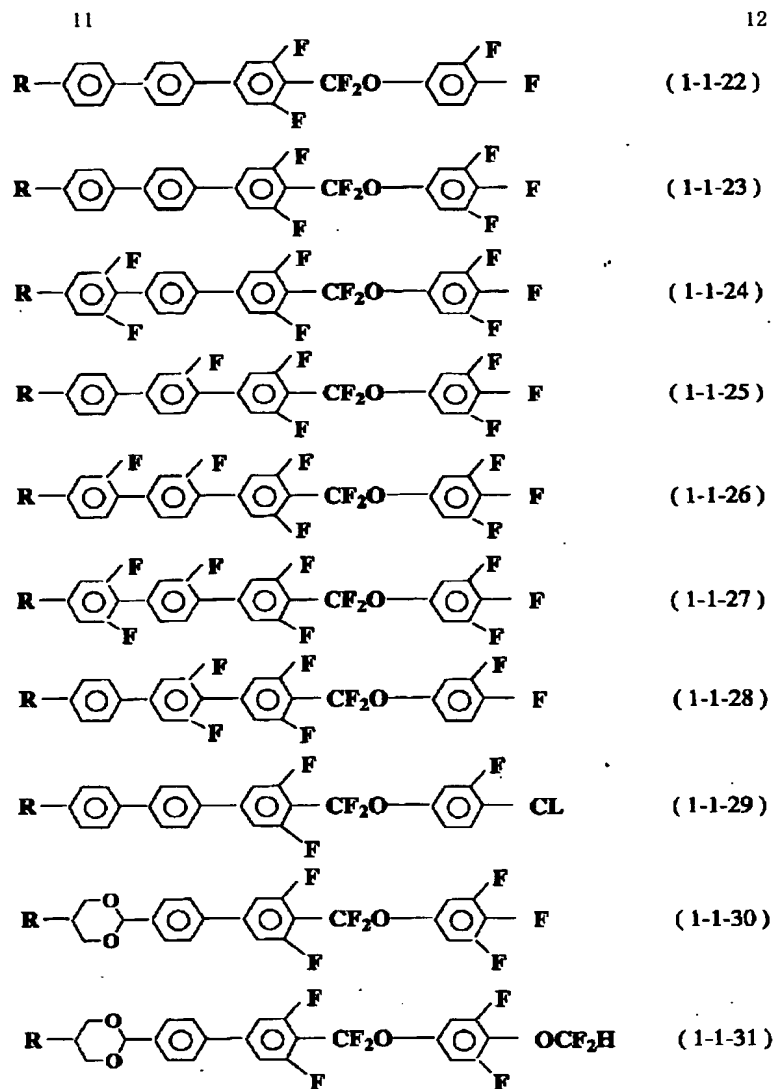
10



【 0 0 1 3 】

30 【化 7】



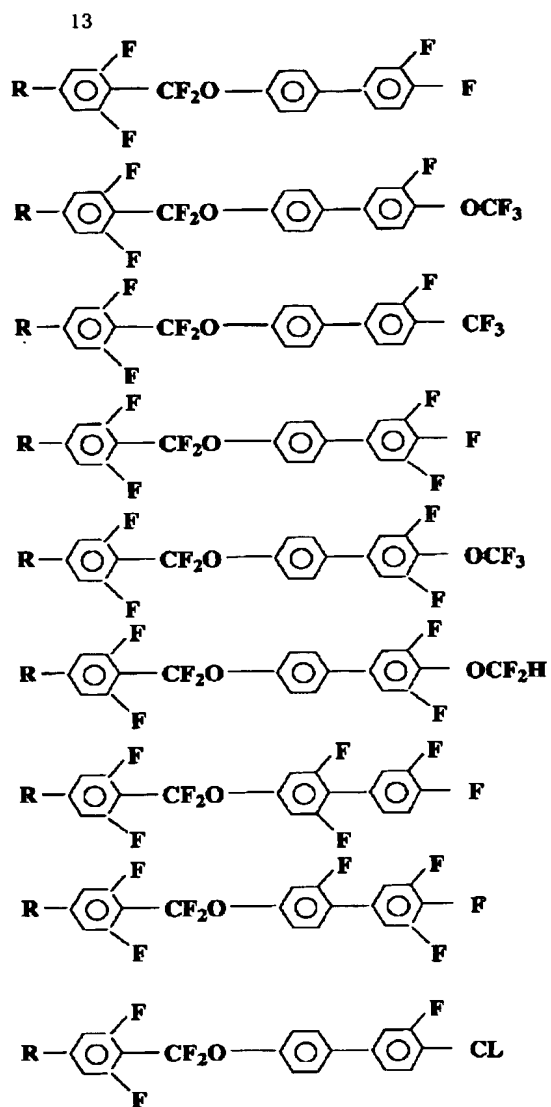


【0014】本発明の一般式(1-2)で表される化合物として、以下の一般式(1-2-1)～(1-2-21)で表される化合物が好ましく用いられる。これらの式中、Rは各々独立して、1～10個の炭素原子を有するアルキル基もしくはアルコキシ基、または2～10個

の炭素原子を有するアルコキシメチル基もしくはアルケニル基を示す。

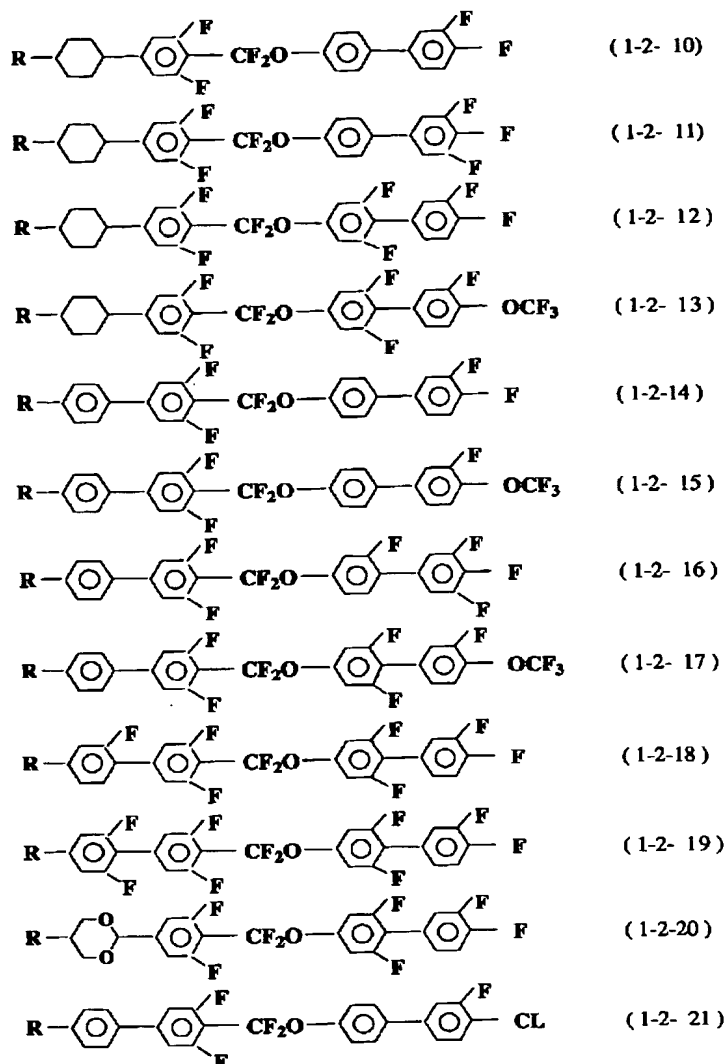
【0015】

【化8】



15

16

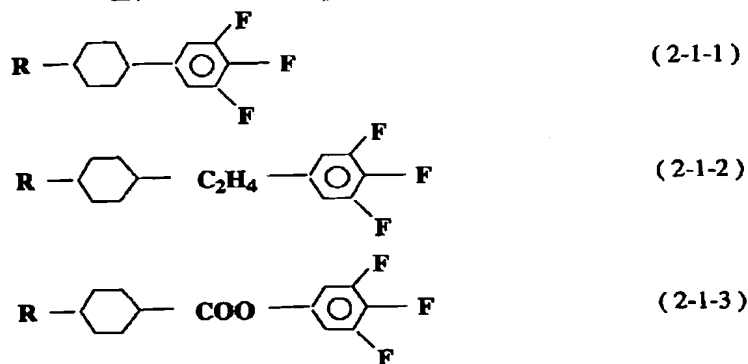


【0017】本発明の一般式(2-1)で表される化合物として、以下の一般式(2-1-1)～(2-1-3)で表される化合物が好ましく用いられる。これらの式中、Rは各々独立して、1～10個の炭素原子を有するアルキル基もしくはアルコキシ基、または2～10個

の炭素原子を有するアルコキシメチル基もしくはアルケニル基を示す。

【0018】

【化10】



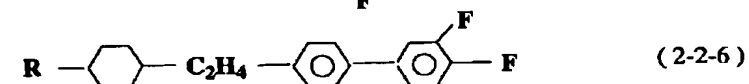
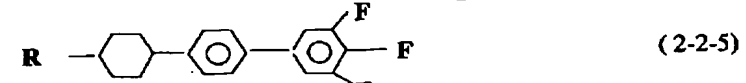
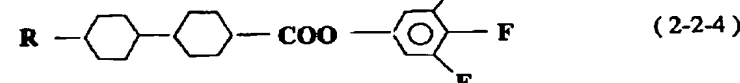
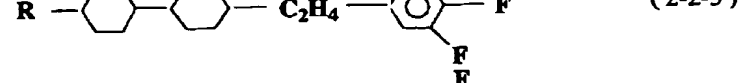
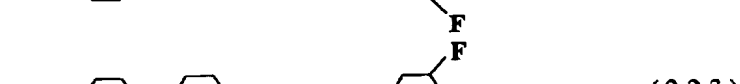
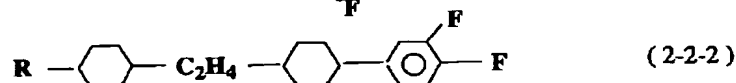
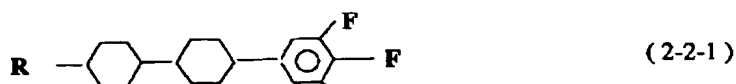
【0019】本発明の一般式(2-2)で表される化合物として、以下の一般式(2-2-1)～(2-2-

7)で表される化合物が好ましく用いられる。これらの式中、Rは各々独立して、1～10個の炭素原子を有す

るアルキル基もしくはアルコキシ基、または 2～10 個の炭素原子を有するアルコキシメチル基もしくはアルケニル基を示す。

【0020】

【化11】

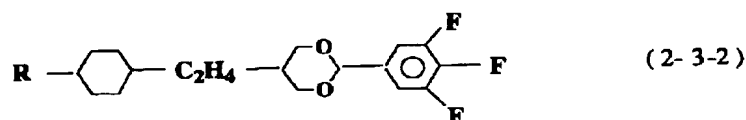
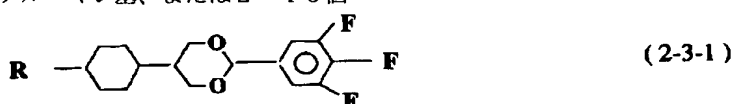


【0021】本発明の一般式 (2-3) で表される化合物として、以下の一般式 (2-3-1), (2-3-2) で表される化合物が好ましく用いられる。これらの式中、R は各々独立して、1～10 個の炭素原子を有するアルキル基もしくはアルコキシ基、または 2～10 個

の炭素原子を有するアルコキシメチル基もしくはアルケニル基を示す。

【0022】

【化12】

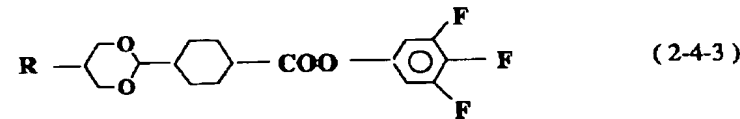
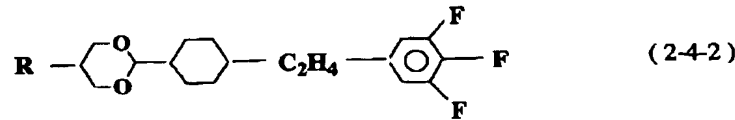
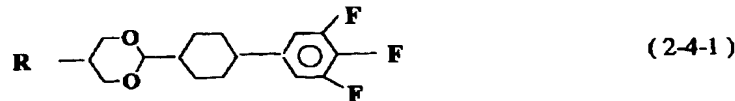


【0023】本発明の一般式 (2-4) で表される化合物として、以下の一般式 (2-4-1) ～ (2-4-3) で表される化合物が好ましく用いられる。これらの式中、R は各々独立して、1～10 個の炭素原子を有するアルキル基もしくはアルコキシ基、または 2～10 個

の炭素原子を有するアルコキシメチル基もしくはアルケニル基を示す。

【0024】

【化13】

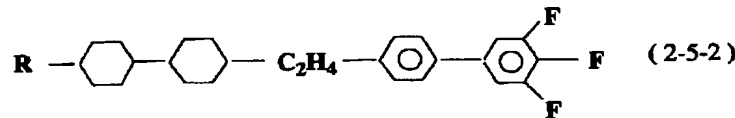
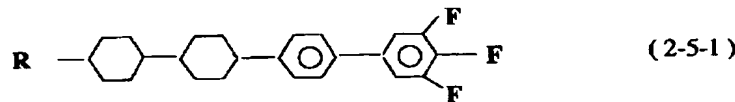


【0025】本発明の一般式(2-5)で表される化合物として、以下の一般式(2-5-1)または(2-5-2)で表される化合物が好ましく用いられる。これらの式中、Rは各々独立して、1~10個の炭素原子を有するアルキル基もしくはアルコキシ基、または2~10

個の炭素原子を有するアルコキシメチル基もしくはアルケニル基を示す。

【0026】

【化14】



【0027】本発明の液晶組成物を構成する化合物の機能、役割について説明する。本発明の液晶組成物の成分Aは、液晶組成物の高温領域における電圧保持率を高く維持しながら、粘度を比較的小さく保ち、屈折率異方性を大きくし、しきい値電圧をかなり低くする効果を有する。また、成分Aの中で4環化合物は、ほとんどのものが、80~180℃の非常に高い $T_{NI}$ (液晶の上限温度)を有するので、この4環化合物を用いることにより、 $T_{NI}$ の高い液晶組成物とすることができる。このような効果は、成分Aである一般式(1-1)または(1-2)で表される化合物が、 $-\text{CF}_2\text{O}-$ 基の炭素原子に結合するフェニル環の3位と5位がフッ素原子によって置換されているので、誘電率異方性が約20以上と非常に大きく、また、粘度が比較的小さく、屈折率異方性が大きく、比抵抗値が高いためと考えられる。

【0028】本発明の液晶組成物における成分Bの一般式(2-1)で表される化合物は、液晶組成物の高温領域における電圧保持率を高く維持しながら、特に低温での粘度を小さくし、 $T_{NI}$ およびしきい値電圧を調整し、また屈折率異方性を調整する効果がある。この一般式(2-1)で表される化合物は、2環化合物であり、誘電率異方性値は前記成分Aの化合物ほどの大きさを示さないが、6~8程度の正の値を示す。また、前記成分Aの化合物よりも粘度が小さく、 $T_{NI}$ (液晶の上限温度)が0℃以下と非常に低く、屈折率異方性が小さいという特徴がある。

【0029】本発明の一般式(2-2)で表される化合物

物は、液晶組成物の高温領域における電圧保持率を高く維持しながら、液晶組成物の上限温度を高くし、粘度を小さくし、しきい値電圧を調整し、屈折率異方性を調整する効果がある。本発明の一般式(2-2)で表される化合物は3環化合物であり、本発明の成分Aの化合物ほどの誘電率異方性を示さないが9~13程度の正の値を示し、比較的 $T_{NI}$ が50~120℃と高く、また、成分Aの化合物よりも粘度が小さく、比抵抗値が高いという特徴がある。さらに、成分Aの化合物よりも比較的小さい屈折率異方性を示す。

【0030】本発明の一般式(2-3)または(2-4)で表される化合物は、液晶組成物の誘電率異方性を大きくし、しきい値電圧を低くし、屈折率異方性を調整する効果がある。本発明の一般式(2-3)または(2-4)で表される化合物は、3環化合物であり、本発明の成分Aの化合物ほどの誘電率異方性を示さないが一般式(2-1)または(2-4)で表される化合物よりも大きな値を示し、また成分Aよりも非常に小さい0.04~0.07程度の屈折率異方性を示す。

【0031】本発明の一般式(2-5)で表される化合物は、液晶組成物の高温領域における電圧保持率を高く維持しながら、上限温度を高くし、しきい値電圧を調整する効果がある。本発明の一般式(2-5)で表される化合物は4環化合物であり、本発明の成分Aの化合物ほどの誘電率異方性を示さないが正の値を示し、 $T_{NI}$ 点が180℃以上と非常に高く、比抵抗値が高い。

【0032】本発明の液晶組成物を構成する成分の好ま

21

しい含有比率について説明する。本発明の液晶組成物における成分Aの含有量は、液晶組成物の全重量に対して5～95重量%であり、成分Bの含有量は、液晶組成物の全重量に対して5～95重量%であることが好ましい。成分Aによって、しきい値電圧を非常に低下し、成分Bによりさらにネマチック相範囲、屈折率異方性、しきい値電圧が調整される。さらに詳しく説明すると、成分Aである一般式(1-1)または(1-2)で表される化合物は、組成物中へできるだけ多く混合することにより、しきい値電圧を低下することができるが、多量に含有させると液晶組成物のネマチック相下限温度を高くしてしまうことがあるので、成分Aの好ましい含有量は液晶組成物の全重量に対して95重量%以下である。また、液晶組成物の高温領域での電圧保持率を高く維持しながら、しきい値電圧をかなり小さくするためには、成分Aの含有量は、液晶組成物の全重量に対して5重量%以上好ましくは15重量%以上である。さらに成分Aとして3環化合物の含有量が多い場合は、3環化合物の $T_{NI}$ が比較的低温50℃以下のものが多いので、組成物の $T_{NI}$ を実用的な温度にするためには、組成物の全重量に対して70重量%以下であることがより好ましい。

【0033】本発明の液晶組成物における成分Bの含有量は、好ましくは5～95重量%より好ましくは30～95重量%である。5重量%未満の場合には、特にネマチック相範囲、屈折率異方性の調整に支障をきたすことがあり、95重量%を超えるとしきい値電圧が低いという本願の効果が少なくなる。成分Bを構成する一般式(2-1)～(2-5)の化合物それぞれのより好ましい含有量の範囲は、つぎのとおりである。

【0034】本発明の一般式(2-1)で表される化合物の含有量は、液晶組成物の全重量に対して30重量%以下が好ましく、より好ましくは25重量%以下である。この一般式(2-1)の化合物は $T_{NI}$ が非常に低いので、組成物中へ多量に含有させると、液晶組成物のネマチック相下限温度を低くしてしまう。

【0035】本発明の液晶組成物の一般式(2-2)で表される化合物の含有量は、組成物の全重量に対して9

22

5重量%以下が好ましく、より好ましくは85～5重量%である。この一般式(2-2)で表される化合物は、比較的 $T_{NI}$ が高いので、組成物中へ多量に含有させると、液晶組成物のネマチック相下限温度を高くしてしまう。また、含有量が非常に少ないと、液晶組成物の高温領域での高い電圧保持率と、低いしきい値電圧を維持しながら、粘度を小さくする効果は低下し、またネマチック相の上限温度を高くなる効果は低下する。

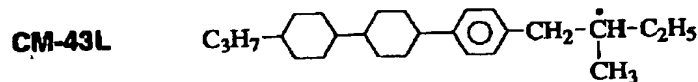
【0036】本発明の液晶組成物の一般式(2-3)または(2-4)で表わされる化合物の含有量は、好ましくは50重量%以下である。この化合物を多量に含有させると、液晶組成物のネマチック相下限温度を高くなり、比抵抗値が低下する。

【0037】本発明の液晶組成物の一般式(2-5)で表される化合物の含有量は、組成物全重量に対して20重量%以下が好ましい。この化合物の含有量多いと液晶組成物のネマチック相下限温度を高くなる。

【0038】本願発明の一般式(1-1)または(1-2)で表される化合物の合成法は、例えば、一般式(1-1-1)、(1-1-16)、(1-2-12)で示される化合物について特開平10-251186に記載されている。本願発明の一般式(2-1-3)、(2-2-1)または(2-2-4)で表される化合物の合成法は、特開平2-233626に記載されている。本発明の一般式(2-4-1)で表される化合物の合成法に関しては、特開平9-141206に記載されている。このように、本願発明の組成物を構成する各成分の化合物は、先行技術によって合成し得られるものである。

【0039】本発明の液晶組成物には、本発明の目的を害さない範囲で、前記に示した成分Aおよび成分B以外の液晶化合物を混合して使用することもできる。本発明の液晶組成物は、それ自体慣用な方法で調製される。一般には、種々の化合物を混合し、高い温度で互いに溶解させる方法をとる。本発明の液晶組成物には、液晶分子のらせん構造を誘起して必要なねじれ角を調整するためにコレステリルノナエート(CN)や以下のCM-43Lなどのキラルドーパ材を添加して使用してもよい。

【化15】



また、本発明の液晶組成物は、メロシアン系、スチリル系、アゾ系、アゾメチン系、アゾキシ系、キノフタロン系、アントラキノ系およびテトラジン系の二色性色素を添加してゲストホストモードの液晶組成物としても使用することができるし、ポリマー分散型液晶表示素子、複屈折制御モードおよび動的散乱モードの液晶組成物としても使用することができる。イン・ブレイン・スイッチング方式の液晶組成物としても使用することができる。

【0040】










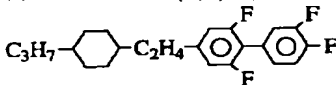
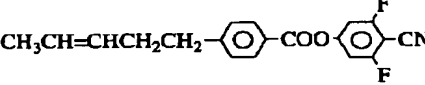
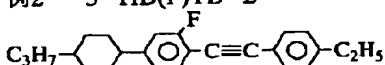
【実施例】以下に、実施例により本発明を詳細に説明する。本発明は、以下に示す実施例に限定されるものではない。実施例および比較例に示した組成比は全て重量%で表した。実施例および比較例で用いる化合物は、表1に示した定義に基づき記号で表した。液晶組成物の特性は、ネマチック液晶相の上限温度を $T_{NI}$ 、ネマチック液晶相の下限温度を $T_C$ 、粘度を $\eta$ 、屈折率異方性を $\Delta$ 、しきい値電圧を $V_{th}$ 、25℃における電圧保持率

をVHR (25℃)、100℃における電圧保持率をVHR (100℃)、応答速度を $\tau$ で表した。 $T_{NI}$ は、偏光顕微鏡を用い、昇温過程において、ネマチック相から等方相液体に変化するときの温度を測定することにより求めた。TCは、10℃、0℃、-10℃、-20℃、-30℃、-40℃の各々のフリーザー中に、液晶組成物を30日間放置し、液晶相で判断した(例えば、一つの液晶組成物について、-20℃でネマチック状態をとり、-30℃で結晶化またはスメクチック状態となった場合には、その液晶組成物のTCは、 $<-20^{\circ}\text{C}$ と表現した)。 $\eta$ は、20℃で測定した。 $\Delta n$ は、589nmの波長を有する光源ランプを使用し、25℃で測定した。 $V_{th}$ は、25℃で測定した。なお、 $V_{th}$ は、セルギャップが $(0.5/\Delta n)\mu\text{m}$ 、ツイスト角が80

°のセルを用い、ノーマリーホワイトモードで、周波数が32Hzの矩形波を印加し、セルを通過する光の透過率が90%になったときに印加されている電圧の値とした。電圧保持率は、面積法にて求めた。 $\tau$ は、液晶組成物にコレステリックノナノエートをねじれのピッチが80 $\mu\text{m}$ になるように添加し、調整したものをセルギャップが $(0.5/\Delta n)\mu\text{m}$ 、ツイスト角が90°のセルに入れ、これを周波数が1KHzの5V矩形波を印加し、液晶が立ち上がるときの応答速度( $\tau_{on}$ )と液晶が立ち下がるときの応答速度( $\tau_{off}$ )とし、 $\tau$ は $\tau_{on}$ と $\tau_{off}$ の和の値と定義した。このときの測定温度は25℃である。

【0041】

【表1】

1) 左末端基 R-	記号	3) 結合基 -Z <sub>1</sub> -, -Z <sub>n</sub> -	記号
C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub> -	n-	-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -	2
C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub> O-	nO-	-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> -	4
C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub> OC <sub>m</sub> H <sub>2m</sub> -	nOm-	-COO-	E
CH <sub>2</sub> =CH-	V-	-C≡C-	T
CH <sub>2</sub> =CHC <sub>n</sub> H <sub>2n</sub> -	Vn-	-CH=CH-	V
C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub> CH-CHC <sub>m</sub> H <sub>2m</sub> -	nVm-	-CF <sub>2</sub> O-	CF2O
C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub> CH=CHC <sub>m</sub> H <sub>2m</sub> CH=CHC <sub>k</sub> H <sub>2k</sub> -	nVmVk-	-OCF <sub>2</sub> -	OCF2
2) 環構造 -(A <sub>1</sub> )-, -(A <sub>2</sub> )-	記号	4) 右末端基 -X	記号
	B	-F	-F
	B(F)	-Cl	-CL
	B(2F,3F)	-CN	-C
	B(F,F)	-CF <sub>3</sub>	-CF3
	B(F,F)	-OCF <sub>3</sub>	-OCF3
	H	-OCF <sub>2</sub> H	-OCF2H
	Py	-C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	-n
	D	-OC <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	-On
	Ch	-COOCH <sub>3</sub>	-EMe
		-C <sub>n</sub> H <sub>2n</sub> CH=CH <sub>2</sub>	-nV
		-C <sub>m</sub> H <sub>2m</sub> CH=CHC <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	-mVn
		-C <sub>m</sub> H <sub>2m</sub> CH=CHC <sub>n</sub> H <sub>2n</sub> F	-mVnF
		-CH=CF <sub>2</sub>	-VFF
		-C <sub>n</sub> H <sub>2n</sub> CH=CF <sub>2</sub>	-nVFF
		-C≡C-CN	-TC
5) 表記例			
例1 3-H2B(F,F)B(F)-F	例3 1V2-BEB(F,F)-C		
			
例2 3-HB(F)TB-2			
			

【0042】特開平10-251186の実施例(32~42, 44, 45)に示される組成物に使用される化合物は、本発明の一般式(1-1)と類似するが同一の化合物ではない。本発明の一般式(1-1)で示される

3-HB-C	24%
5-HB-C	36%
5-HB-C	25%
3-HBB-C	15%

この母液晶に以下の化合物a、b、c

a: 3-BB(F,F)CF2OB(F,F)-F<

本発明の式(1-1-3)のR=C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>>

b: 3-B(F,F)CF2OBB(F,F)-F<

化合物とこの特開平10-251186の化合物との相違をつぎに示す。つぎの組成と特性を有する母液晶を調製し、

T <sub>N1</sub>	= 71.7℃
Δε	= 11.0
Δn	= 0.137
η	= 27.0 mPa·s

本発明の式(1-2-4)のR=C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>>

c: 3-B(F)CF2OBB(F,F)-F<特開平10-251186(実施例34に記載化合物)>

をそれぞれ15%混合したものを調製した。それらのの



物性値を測定し、その測定値と母液晶の物性値から外そうして得られた化合物 a、b、c の物性値を次の表 2 に示す。

【0043】

【表 2】

化合物	外そう物性値			
	$T_{N1}$ (°C)	$\Delta \epsilon$	$\Delta n$	$\eta$ (mPa·s)
a	-5.0	29.7	0.110	40.2
b	-9.8	27.6	0.104	46.6
c	-6.3	21.1	0.104	53.1

この表 2 から、本発明の式 (1-1) で表される化合物 a または b は特開平 10-251186 の実施例 34 に記載の化合物 c よりも、 $\Delta n$ 、 $\Delta \epsilon$  が大きく、 $\eta$  が低いことが明らかである。さらに 4 環化合物についても同様

の傾向であった。さらに、以下の実施例、比較例にて詳細に説明する。

【0044】

## 実施例 A

成分 A として、

2-BB (F, F) CF<sub>2</sub>OB (F, F) -F 14%3-BB (F, F) CF<sub>2</sub>OB (F, F) -F 14%

成分 B として、

3-H<sub>2</sub>HB (F, F) -F 12%4-H<sub>2</sub>HB (F, F) -F 10%5-H<sub>2</sub>HB (F, F) -F 10%

3-HHB (F, F) -F 10%

4-HHB (F, F) -F 5%

3-HH<sub>2</sub>B (F, F) -F 10%

3-HBB (F, F) -F 3%

2-HHBB (F, F) -F 4%

3-HHBB (F, F) -F 4%

4-HHBB (F, F) -F 4%

からなる組成物を調製した。組成物の特性は、表 3 に示す。

【0045】比較例 A

成分 A を、つぎの成分 D (特開平 10-251186 に

成分 D

2-HB (F, F) CF<sub>2</sub>OB (F, F) -F 14%3-HB (F, F) CF<sub>2</sub>OB (F, F) -F 14%

【0046】

【表 3】

組成物 特性	実施例 A	比較例 A
$T_{N1}$ °C	71.4	71.8
$\eta$ mPa·s	31.6	30.8
$\Delta n$	0.096	0.083
$V_{th}$ V	1.05	1.14
$\Delta \epsilon$	11.8	10.0
VHR (25°C) %	98.5	98.5
VHR (100°C) %	95.3	95.4
$\tau$ mS	33	40

表 3 で明らかなように、実施例 A の組成物は比較例 A の組成物に比べて、屈折率異方性を大きく、 $\Delta \epsilon$  が大きく、しきい値電圧を低く、応答速度が速い、これは実施

## 実施例 1

成分 A として、

2-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	9%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	9%

成分 B として、

7-HB (F, F) -F	6%
3-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	9%
4-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	9%
5-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	9%
3-HHB (F, F) -F	7%
4-HHB (F, F) -F	5%
3-HH <sub>2</sub> B (F, F) -F	13%
4-HH <sub>2</sub> B (F, F) -F	5%
5-HH <sub>2</sub> B (F, F) -F	10%
2-HHBB (F, F) -F	3%
3-HHBB (F, F) -F	3%
3-HH <sub>2</sub> BB (F, F) -F	3%

からなる組成物を調製した。上記組成物の特性は、以下のようになった。

$T_{NI}$	= 74.5℃
$T_C$	< -20℃
$\eta$	= 27.8 mPa·s
$\Delta n$	= 0.086
$V_{th}$	= 1.21V
$\Delta \epsilon$	= 10.7

## 実施例 2

成分 A として、

2-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	10%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	10%
2-HBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	11%
3-HBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	12%

成分 B として、

3-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	12%
4-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	10%
5-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	10%
3-HHB (F, F) -F	8%
4-HHB (F, F) -F	5%
3-HH <sub>2</sub> B (F, F) -F	6%
3-HBB (F, F) -F	6%

からなる組成物を調製した。上記組成物の特性は、以下のようになった。

$T_{NI}$	= 73.5℃
$T_C$	< -30℃
$\eta$	= 34.0 mPa·s
$\Delta n$	= 0.105
$V_{th}$	= 1.01V

## 実施例 3

例 A の成分 A の化合物は比較例の成分 D の化合物と比べて、フェニレン環の数が多いことによると考えられる。

【0047】

$VHR(25^\circ\text{C}) = 98.7\%$

$VHR(100^\circ\text{C}) = 95.1\%$

この組成物は、後述の比較例の組成物と比べて、高温における  $VHR$  が高く、 $V_{th}$  が非常に小さく、粘性も小さい。比較例 2 の組成物と比較して  $T_{NI}$  が高く、保持率が高く、粘性は低い。

【0048】

$\Delta \epsilon = 13.6$

$VHR(25^\circ\text{C}) = 98.7\%$

$VHR(100^\circ\text{C}) = 95.3\%$

この組成物は、後述の比較例の組成物と比べて高温における  $VHR$  が高く、 $V_{th}$  が非常に小さい。

【0049】

31

32

成分Aとして、

2-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	12%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	13%
3-HBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F) -F	5%
2-HBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	10%
3-HBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	10%
2-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OBB (F) -F	5%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OBB (F) -F	5%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) B (F) -F	3%
2-BBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	3%
3-BBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	4%

成分Bとして、

3-HHB (F, F) -F	8%
4-HHB (F, F) -F	5%
3-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	10%
3-H <sub>2</sub> BB (F, F) -F	7%

からなる組成物を調製した。上記組成物の特性は、以下のようになった。

$$T_{NI} = 78.7^{\circ}\text{C}$$

$$TC < -20^{\circ}\text{C}$$

$$\Delta n = 0.139$$

$$V_{th} = 1.00\text{V}$$

$$\Delta \epsilon = 16.4$$

$$VHR(25^{\circ}\text{C}) = 98.7\%$$

$$VHR(100^{\circ}\text{C}) = 95.2\%$$

20 この組成物は、比較例の組成物と比べて、高温におけるVHRが高く、 $V_{th}$ が非常に小さい。

【0050】

## 実施例4

成分Aとして、

2-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	10%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	15%
2-HBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	10%
3-HBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	10%
2-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OBB (F) -F	9%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OBB (F) -F	9%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OBB (F) -OCF <sub>3</sub>	7%

成分Bとして、

3-HHB (F, F) -F	7%
4-HHB (F, F) -F	4%
3-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	7%
3-HDB (F, F) -F	6%
3-DHB (F, F) -F	6%

からなる組成物を調製した。上記組成物の特性は、以下のようになった。

$$T_{NI} = 76.1^{\circ}\text{C}$$

$$TC < -20^{\circ}\text{C}$$

$$\Delta n = 0.132$$

$$V_{th} = 0.96\text{V}$$

$$\Delta \epsilon = 17.7$$

$$VHR(25^{\circ}\text{C}) = 98.7\%$$

$$40 \quad VHR(100^{\circ}\text{C}) = 95.0\%$$

この組成物は、比較例の組成物と比べて、高温におけるVHRが高く、 $V_{th}$ が非常に小さい。

【0051】

## 実施例5

成分Aとして、

3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	9%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F) -F	5%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F) -OCF <sub>3</sub>	5%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -OCF <sub>2</sub> H	5%

成分Bとして、

33

3-H<sub>2</sub>HB (F, F) -F  
 4-H<sub>2</sub>HB (F, F) -F  
 5-H<sub>2</sub>HB (F, F) -F  
 3-HHB (F, F) -F  
 4-HHB (F, F) -F  
 3-HH<sub>2</sub>B (F, F) -F  
 5-HH<sub>2</sub>B (F, F) -F  
 3-HHEB (F, F) -F  
 2-HHBB (F, F) -F  
 3-HHBB (F, F) -F  
 3-HH<sub>2</sub>BB (F, F) -F

34

9%  
 9%  
 9%  
 7%  
 5%  
 10%  
 10%  
 8%  
 3%  
 3%  
 3%

からなる組成物を調製した。上記組成物の特性は、以下のようになった。

$T_{N1}$  = 80.0℃  
 $TC$  < -20℃  
 $\eta$  = 28.8 mPa·s  
 $\Delta n$  = 0.091

$V_{th}$  = 1.23 V  
 $\Delta \epsilon$  = 10.7  
 $VHR(25^\circ C)$  = 98.7%  
 $VHR(100^\circ C)$  = 95.3%  
 【0052】

## 実施例 6

成分 A として、

2-BB (F, F) CF<sub>2</sub>OB (F, F) -F 9%  
 3-BB (F, F) CF<sub>2</sub>OB (F, F) -F 9%

成分 B として、

7-HB (F, F) -F 6%  
 3-H<sub>2</sub>HB (F, F) -F 9%  
 4-H<sub>2</sub>HB (F, F) -F 9%  
 5-H<sub>2</sub>HB (F, F) -F 9%  
 3-HHB (F, F) -F 7%  
 4-HHB (F, F) -F 5%  
 3-HH<sub>2</sub>B (F, F) -F 4%  
 3-HHBB (F, F) -F 3%

その他の成分として

3-HB-O<sub>2</sub> 3%  
 3-HH-4 10%  
 3-HH-5 5%  
 3-HHB-1 2%  
 4-HHB-CL 4%  
 2-HHHB (F, F) -F 2%  
 3-HHHB (F, F) -F 2%  
 4-HHBB (F, F) -F 2%

からなる組成物を調製した。上記組成物の特性は、以下のようになった。

$T_{N1}$  = 72.9℃  
 $TC$  < -20℃  
 $\eta$  = 20.8 mPa·s  
 $\Delta n$  = 0.082

40  $V_{th}$  = 1.23 V  
 $\Delta \epsilon$  = 8.0  
 $VHR(25^\circ C)$  = 98.7%  
 $VHR(100^\circ C)$  = 95.3%  
 【0053】

## 実施例 7

成分 A として、

3-BB (F, F) CF<sub>2</sub>OB (F, F) -F 6%  
 2-HBB (F, F) CF<sub>2</sub>OB (F, F) -F 9%  
 3-HBB (F, F) CF<sub>2</sub>OB (F, F) -F 9%

35

36

成分Bとして、

3-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	12%
4-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	9%
5-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	9%
3-HHB (F, F) -F	7%
4-HHB (F, F) -F	5%
3-HH <sub>2</sub> B (F, F) -F	15%
3-HBB (F, F) -F	6%
5-HBB (F, F) -F	4%
3-HB (F) B (F, F) -F	4%
2-HHHB (F, F) -F	2%
3-HHHB (F, F) -F	3%

からなる組成物を調製した。上記組成物の特性は、以下のようになった。

T<sub>g1</sub> = 90.2℃T<sub>C</sub> < -20℃ $\eta$  = 32.8 mPa·s $\Delta n$  = 0.103V<sub>t h</sub> = 1.26 V $\Delta \epsilon$  = 10.2

VHR (25℃) = 98.7%

VHR (100℃) = 95.2%

【0054】

## 実施例 8

成分Aとして、

3-B (F) B (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	4%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	10%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F) -F	4%
3-DBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	10%
3-B (F) BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F) -F	5%
3-BB (F) B (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F) -CL	5%
3-BB (F) B (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	5%

成分Bとして、

3-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	12%
5-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	10%
3-HHB (F, F) -F	8%
4-HHB (F, F) -F	5%
3-HH <sub>2</sub> B (F, F) -F	7%

その他の成分

3-HHB (F) -F	5%
4-HHB (F) -F	5%
3-HHB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	5%
CM-43L	0.23%

【0055】

## 実施例 9

成分Aとして、

2-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	12%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	12%
3-HBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F) -F	5%
2-HBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	10%
3-HBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	10%
3-HBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F) -OCF <sub>3</sub>	9%
3-HBB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -OCF <sub>3</sub>	7%
3-HB (F, F) CF <sub>2</sub> OBB (F) -F	5%
3-B (F) BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	8%

37	38
3-BB (F) B (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	8%
3-BB (F, F) CF <sub>2</sub> OB (F, F) B (F) -F	5%
成分Bとして、	
3-HHB (F, F) -F	9%
その他の成分	
CM-43L	0.21%

## 【0056】比較例1

特開平8-73857に開示してある組成物の中で $\Delta n$

2-HBEB (F, F) -F	5%
5-HHEB (F, F) -F	5%
3-BBEB (F, F) -F	5%
4-HHB-CL	10%
3-HBB (F, F) -F	10%
5-HBB (F, F) -F	10%
3-H <sub>2</sub> BB (F, F) -F	10%
4-H <sub>2</sub> BB (F, F) -F	10%
5-H <sub>2</sub> BB (F, F) -F	10%
3-HVHB (F) -F	5%
4-HVHB (F, F) -F	7%
3-H <sub>2</sub> BVB <sub>2</sub>	3%
3-HB (F) VB-4	10%

上記組成物の特性は、以下のようになった。

$T_{NI}$	=	101.5℃
$\eta$	=	36.9mPa·s
$\Delta n$	=	0.138
Vth	=	1.73V
VHR (25℃)	=	98.5%
VHR (100℃)	=	91.0%
$\tau$	=	37ms

5-HHEB (F, F) -F	5%
2-HBEB (F, F) -F	5%
3-HBEB (F, F) -F	5%
5-HBEB (F, F) -F	5%
3-BBEB (F, F) -F	5%
4-BBEB (F, F) -F	5%
5-BBEB (F, F) -F	5%
4-HEB (F, F) -F	10%
4-HB-CL	10%
7-HB (F) -F	3%
7-HB (F, F) -F	9%
3-HBB (F, F) -F	10%
5-HHB (F, F) -F	10%
3-H <sub>2</sub> BB (F, F) -F	13%

上記組成物の特性は、以下のようになった。

$T_{NI}$	=	46.1℃
TC	<	-10℃
$\eta$	=	36.3mPa·s
$\Delta n$	=	0.096
Vth	=	0.91V
VHR (25℃)	=	98.3%

が最も大きい実施例7に記載のつぎの組成物を調製した。

5%
5%
5%
10%
10%
10%
10%
10%
5%
7%
3%
10%

この組成物は、 $T_{NI}$ が高く、応答速度が比較的速いものの、Vthが高く、この組成物には、エステル基を有する化合物が使用されており、高温でのVHRが低いという欠点を有している。

## 【0057】比較例2

特開平8-73857に開示してある組成物の中でVthが最も低い実施例2に記載のつぎの組成物を調製した。

5%
5%
5%
5%
5%
5%
5%
10%
10%
3%
9%
10%
10%
13%

VHR (100℃) = 92.3%

この組成物は、Vthが低いものの $T_{NI}$ が低く、比較例1と同様にエステル基を有する化合物が使用されており、高温でのVHRが低いという欠点を有している。

## 【0058】比較例3

特開平9-31460に開示してある組成物の中でVthが最も低い実施例7に記載のつぎの組成物を調製し

39

40

た。

7-HB (F, F) -F	7%
3-HHB (F, F) -F	7%
3-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	3%
3-HH <sub>2</sub> B (F, F) -F	7%
5-HH <sub>2</sub> B (F, F) -F	5%
3-HBB (F, F) -F	21%
5-HBB (F, F) -F	21%
2-HBEB (F, F) -F	3%
3-HBEB (F, F) -F	5%
5-HBEB (F, F) -F	3%
3-HHEB (F, F) -F	10%
4-HHEB (F, F) -F	3%
5-HHEB (F, F) -F	5%

上記組成物の特性は、以下ようになった。

$T_{NI}$	=	61.4℃
TC	<	-30℃
$\eta$	=	30.7 mPa·s
$\Delta n$	=	0.094
V <sub>th</sub>	=	1.05 V
VHR (25℃)	=	98.3%

7-HB (F, F) -F	9%
3-HHB (F, F) -F	10%
3-HH <sub>2</sub> B (F, F) -F	7%
5-HH <sub>2</sub> B (F, F) -F	5%
3-HBB (F, F) -F	18%
5-HBB (F, F) -F	18%
3-HBEB (F, F) -F	5%
5-HBEB (F, F) -F	3%
3-HHEB (F, F) -F	8%
5-HHEB (F, F) -F	5%
2-HHBB (F, F) -F	4%
3-HHBB (F, F) -F	4%
5-HH <sub>2</sub> BB (F, F) -F	4%

上記組成物の特性は、以下ようになった。

$T_{NI}$	=	78.3℃
TC	<	-30℃
$\eta$	=	30.2 mPa·s
$\Delta n$	=	0.103
V <sub>th</sub>	=	1.21 V
VHR (25℃)	=	98.4%

3-HBCF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	5%
5-HBCF <sub>2</sub> OB (F, F) -F	10%
5-HBCF <sub>2</sub> OB-CF <sub>3</sub>	5%
5-HBCF <sub>2</sub> OB (F) -F	5%
3-HBCF <sub>2</sub> OB-OCF <sub>3</sub>	5%
7-HB (F, F) -F	8%
3-HHB (F, F) -F	6%
4-HHB (F, F) -F	3%
3-H <sub>2</sub> HB (F, F) -F	10%

VHR (100℃) = 92.5%

この組成物は、V<sub>th</sub>が低いものの、 $T_{NI}$ が低く、高温におけるVHRが低いという欠点を有している。

## 【0059】比較例4

特開平9-31460に開示してある組成物の中で最も  
 $\Delta n$ が大きい実施例12に記載のつぎの組成物を調製した。

VHR (100℃) = 91.5%

この組成物は、V<sub>th</sub>が高く、高温におけるVHRが低いという欠点を有している。

## 【0060】比較例5

WO96/11897に開示してある組成物の中で最も  
V<sub>th</sub>が低い実施例36に記載のつぎの組成物を調製した。

41

4-H2HB (F, F) -F  
 5-H2HB (F, F) -F  
 3-HH2B (F, F) -F  
 5-HH2B (F, F) -F  
 3-HBB (F, F) -F  
 5-HBB (F, F) -F  
 3-HHBB (F, F) -F  
 3-HH2BB (F, F) -F

42

6 %  
 6 %  
 10 %  
 5 %  
 5 %  
 5 %  
 3 %  
 3 %

上記組成物の特性は、以下のようになった。

$T_{NI}$  = 61.8℃  
 $TC$  < -20℃  
 $\eta$  = 23.6 mPa·s  
 $\Delta n$  = 0.083  
 $V_{th}$  = 1.50V  
 $VHR(25^\circ C)$  = 98.7%  
 $VHR(100^\circ C)$  = 95.6%

この組成物は、粘性が低く、 $V_{th}$ が低く、高温でのVHRは高いものの、 $T_{NI}$ が低いという欠点を有している。

## 【0061】比較例6

WO96/11897に開示してある組成物の中で最も $\Delta n$ が大きい実施例37に記載してあるつぎの組成物を調製した。

3-HBCF2OB (F, F) -F 5 %  
 3-HBCF2OB-OCF3 5 %  
 3-HB-CL 4 %  
 5-HB-CL 4 %  
 7-HB-CL 5 %  
 2-HHB-CL 6 %  
 3-HHB-CL 7 %  
 5-HHB-CL 6 %  
 2-HBB (F) -F 6 %  
 3-HBB (F) -F 6 %  
 5-HBB (F) -F 12 %  
 3-HBB (F, F) -F 13 %  
 5-HBB (F, F) -F 13 %  
 3-H2HB (F) -CL 3 %  
 3-HB (F) TB-2 3 %  
 3-HB (F) VB-2 2 %

上記組成物の特性は、以下のようになった。

$T_{NI}$  = 89.3℃  
 $TC$  < -20℃  
 $\eta$  = 21.9 mPa·s  
 $\Delta n$  = 0.128  
 $V_{th}$  = 2.08V  
 $VHR(25^\circ C)$  = 98.4%  
 $VHR(100^\circ C)$  = 93.5%

この組成物は、粘性が低く、 $T_{NI}$ は高いものの、 $V_{th}$ が高く、高温におけるVHRが若干低いという欠点を有している。

## 【0062】比較例7

特開平10-251186に開示してある組成物の中で最も $\Delta n$ が大きい実施例41に記載のつぎの組成物を調製した。

3-HB (F, F) CF2OB (F, F) -F 5 %  
 5-HBB CF2OB (F, F) -F 5 %  
 2-HHB (F) -F 2 %  
 3-HHB (F) -F 2 %  
 5-HHB (F) -F 2 %  
 2-HBB (F) -F 6 %  
 3-HBB (F) -F 6 %  
 2-H2BB (F) -F 9 %  
 3-H2BB (F) -F 9 %  
 3-HBB (F, F) -F 25 %

40



43  
5-HBB (F, F) -F  
101-HBBH-4  
101-HBBH-5

44  
19%  
5%  
5%

上記組成物の特性は、以下のようになった。

$T_{NI}$  = 95.8℃  
 $\eta$  = 35.5 mPa·s  
 $\Delta n$  = 0.132  
 $V_{th}$  = 1.72 V  
 $V_{HR}$  (25℃) = 98.2%  
 $V_{HR}$  (100℃) = 95.1%

この組成物は、高温での  $V_{HR}$  は高いものの、 $V_{th}$  が

高いという欠点を有している。

#### 【0063】

【発明の効果】本発明によって、アクティブ・マトリクス方式の液晶表示素子 (AM-LCD) に求められる一般的な特性を満たしながら、特に、高温領域において電圧保持率の高い、しきい値電圧の十分に低い、屈折率異方性の大きい液晶組成物を提供することができる。

10 方性の大きい液晶組成物を提供することができる。

#### 【手続補正書】

【提出日】平成12年4月24日 (2000. 4. 24)

#### 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0030

【補正方法】変更

【補正内容】

【0030】本発明の一般式 (2-3) または (2-4) で表される化合物は、液晶組成物の誘電率異方性を大きくし、しきい値電圧を低くし、屈折率異方性を調整する効果がある。本発明の一般式 (2-3) または (2-4) で表される化合物は、3環化合物であり、本発明の成分 A の化合物ほどの誘電率異方性を示さないが一般式 (2-1) または (2-2) で表される化合物よりも大きな値を示し、また成分 A よりも非常に小さい 0.04 ~ 0.07 程度の屈折率異方性を示す。

#### 【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0042

【補正方法】変更

【補正内容】

【0042】特開平10-251186の実施例 (32 ~ 42, 44, 45) に示される組成物に使用される化合物は、本発明の一般式 (1-1) と類似するが同一の化合物ではない。本発明の一般式 (1-1) で示される化合物とこの特開平10-251186の化合物との相違をつぎに示す。つぎの組成と特性を有する母液晶を調

製し、

3-HB-C 24%  $T_{NI}$  = 71.7℃  
5-HB-C 36%  $\Delta \epsilon$  = 11.0  
7-HB-C 25%  $\Delta n$  = 0.137  
3-HBB-C 15%  $\eta$  = 27.0 mPa·s

この母液晶に以下の化合物 a、b、c

a: 3-BB (F, F) CF2OB (F, F) -F < 本発明の式 (1-1-3) の  $R=C_3H_7$  >

b: 3-B (F, F) CF2OBB (F, F) -F < 本発明の式 (1-2-4) の  $R=C_3H_7$  >

c: 3-B (F) CF2OBB (F, F) -F < 特開平10-251186 (実施例34に記載化合物) > をそれぞれ15%混合したものを調製した。それらの物性値を測定し、その測定値と母液晶の物性値から外そうして得られた化合物 a、b、c の物性値を次の表2に示す。

#### 【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0056

【補正方法】変更

【補正内容】

#### 【0056】比較例1

特開平8-73857に開示してある組成物の中で  $\Delta n$  が最も大きい実施例7に記載のつぎの組成物を調製した。

2-HBEB (F, F) -F	5%
5-HHEB (F, F) -F	5%
3-BBEB (F, F) -F	5%
4-HHB-CL	10%
3-HBB (F, F) -F	10%
5-HBB (F, F) -F	10%
3-H2BB (F, F) -F	10%
4-H2BB (F, F) -F	10%
5-H2BB (F, F) -F	10%

3-HVHB (F) - F	5 %
4-HVHB (F, F) - F	7 %
3-H2BVB-2	3 %
3-HB (F) VB-4	10 %

上記組成物の特性は、以下ようになった。

$T_{KI}$	=	101.5℃
$\eta$	=	36.9 mPa·s
$\Delta n$	=	0.138
$V_{th}$	=	1.73 V
VHR (25℃)	=	98.5 %

$$VHR (100^\circ C) = 91.0 \%$$

$$\tau = 37 \text{ ms}$$

この組成物は、 $T_{KI}$ が高く、応答速度が比較的速いものの、 $V_{th}$ が高く、この組成物には、エステル基を有する化合物が使用されており、高温でのVHRが低いという欠点を有している。